

AN 1956:16512 CAPLUS

DN 50:16512

OREF 50:3499i,3500a-c

TI Waxy fatty acid diamides

IN Finck, Emil; Hummel, Georg

PA Badische Anilin- & Soda-Fabrik Akt.-Ges.

DT Patent

LA Unavailable

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	DE 934767		19551103	DE	
AB	<p>The process of prepg. waxy diamides of fatty acids by treating fatty acids or their functional derivs. with cycloaliphatic p-diamines corresponding to Ger. 932,965 (C.A. 50, 2194b) is improved by working in the presence of dicarboxylic acids capable of forming polyamides and, possibly, of optional aliphatic or aromatic diamines. Fish-oil fatty acid 280 together with 1,4-diaminocyclohexane 70 parts by wt. is slowly heated at 170°, sebacic acid 18 added, the temp. gradually raised to 260-70° and maintained until the acid no. is reduced to 2-3. An elastic, hard product, dropping point 250°, is obtained. The following diamides are similarly prepd. from (dropping points in parenthesis): rapeseed-oil fatty acid, 4,4'-diamino-bis(cyclohexyl)methane(II) and adipic acid (III) (270°); oleic acid, II and hexamethylenediamine (IV) adipate (237°); bleached montan wax, 1,4-diaminocyclohexane and IV (257°); fatty acid, acid no. 180, from the last runnings of the paraffin oxidation, IV and 1,4-diaminocyclohexane adipate (225°); I, benzidine and III (272°).</p>				

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WIGL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
3. NOVEMBER 1955

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr 934 767

KLASSE 12 o GRUPPE 25

B 14224 IV c / 120

Dr. Emil Finck, Ludwigshafen/Rhein, und Dr. Georg Hummel, Mannheim
sind als Erfinder genannt worden

Badische Anilin- & Soda-Fabrik Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/Rhein

Verfahren zur Herstellung wachsartiger Fettsäurediamide

Zusatz zum Patent 932 965

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 18. März 1951 an

Das Hauptpatent hat angefangen am 17. März 1951

Patentanmeldung bekanntgemacht am 23. Oktober 1952

Patenterteilung bekanntgemacht am 6. Oktober 1955

Gemäß dem Hauptpatent 932 965 werden wachsartige Fettsäurediamide dadurch gewonnen, daß man Fettsäuren, vorzugsweise solche von größerer Kettenlänge, bzw. deren amidierbare funktionelle Derivate mit cycloaliphatischen Diaminen, insbesondere p-Diaminen, oder deren Fettsäuremonoamiden in an sich bekannter Weise zu Diamiden umsetzt.

Es wurde nun weiter gefunden, daß man besonders hochschmelzende wachsartige Stoffe von vorzüglichen Eigenschaften erhalten kann, wenn man das Verfahren des Hauptpatents unter Zusatz von zur Polyamidbildung befähigten Dicarbonsäuren, ihren Salzen oder sonstigen funktionellen Derivaten, sowie gegebenenfalls von weiteren Diaminen beliebiger Art durchführt. Dieser Zusatz kann bereits dem Ausgangsgemisch von Fettsäure oder

Fettsäurederivat und cycloaliphatischem Diamin zugegeben werden oder erst im Verlaufe der Diamidkondensation in einer oder mehreren Portionen beifügt werden, und zwar sowohl in Form der einzelnen Komponenten als auch der Zwischenkondensationsprodukte oder deren Salze. Man kann die Komponenten in beliebiger Reihenfolge miteinander umsetzen, wobei die Mengenverhältnisse in weiten Grenzen verändert werden können und die Höchstmenge sich leicht durch einen einfachen Versuch ermitteln läßt.

Als Dicarbonsäuren kommen insbesondere die aliphatischen, cycloaliphatischen und aromatischen Dicarbonsäuren und deren zur Amidbildung befähigten Derivate in Betracht, beispielsweise Bernsteinsäure, Adipinsäure, Sebacinsäure, Terephthal-

säure, Cyclohexyl-p-dicarbonsäure und Hydrochinondiessigsäure. Geeignete polyamidbildende Diamine sind insbesondere die aliphatischen, cycloaliphatischen und aromatischen Diamine, z. B.

- 5 Äthylendiamin, Hexamethyldiamin, 1, 2-, 1, 3- oder 1, 4-Diaminocyclohexan, 4, 4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan, p-Phenylendiamin, Benzidin, 4, 4'-Diamino-diphenylmethan u. dgl.

- Es genügt, im allgemeinen 2 bis 10 Gewichtsprozent der angewandten Fettsäure an Dicarbonsäure bzw. deren funktionellem Derivat zuzusetzen oder entsprechende Mengen Diaminsalz der Dicarbonsäure, aber auch größere Mengen können einkondensiert werden.

- 15 Die hergestellten wachsartigen Stoffe sind hellfarbig, elastisch und zum Teil sehr hart; sie besitzen gute elektrische Eigenschaften sowie Tropfpunkte, die oberhalb 200° liegen. Sie können z. B. in der Elektro- und Kabelindustrie als Isolier- und
- 20 Vergußmassen sowie überall dort Verwendung finden, wo hoch wärmefeste Isolierungen verlangt werden.

Die in den nachstehenden Beispielen aufgeführten Teile sind Gewichtsteile.

25 Beispiel 1

- 280 Teile Tranfettsäure und 70 Teile 1, 4-Diaminocyclohexan werden langsam erhitzt, wobei lebhaft Wasserabspaltung eintritt. Wenn die Temperatur auf 170° gestiegen ist, gibt man in kleinen
- 30 Portionen 18 Teile Sebacinsäure zu, steigert die Temperatur allmählich bis auf 260 bis 270° und erhitzt so lange, bis die Säurezahl auf 2 bis 3 gefallen ist. Das hergestellte Produkt ist ein hartes,
- 35 elastisches Wachs mit einem Tropfpunkt von 250°. (Das Tranfettsäure-cyclohexyldiamid ohne einkondensierte Dicarbonsäure hat den Tropfpunkt 180°.)

Beispiel 2

- 40 500 Teile Rübölfettsäure und 250 Teile 4, 4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan werden wie im Beispiel 1 erhitzt und bei 170° mit 16 Teilen Adipinsäure versetzt. Dann wird die Temperatur langsam bis auf 250° erhöht und gehalten, bis die Säure-
- 45 zahl auf 2 bis 3 gefallen ist. Es entsteht ein hartes, elastisches Produkt mit dem Tropfpunkt 210°. (Das entsprechende Diamid ohne einkondensierte Dicarbonsäure hat einen Tropfpunkt von 167°.)

Beispiel 3

- 50 500 Teile Ölsäure und 182 Teile 4, 4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan werden erhitzt, bis unter Wasserabspaltung die Temperatur auf 170° gestiegen ist. Dann gibt man nach und nach 86 Teile
- 55 des auf übliche Weise hergestellten Salzes aus Adipinsäure und Hexamethyldiamin zu und erhitzt unter Steigerung der Temperatur weiter, bis die Säurezahl 2 bis 3 beträgt. Das erhaltene Produkt

ist ein helles, plastisches Wachs mit dem Tropfpunkt 237°. (Das ölsäure Diamid ohne einkondensiertes Diaminsalz besitzt den Tropfpunkt 144°.) 60

Beispiel 4

- 500 Teile oxydativ gebleichtes Montanwachs werden mit 80 Teilen 1, 4-Diaminocyclohexan erhitzt, bis unter Wasserabspaltung die Temperatur auf 170 bis 180° gestiegen ist. Dann gibt man in kleinen Portionen nach und nach 45 Teile Adipinsäure zu und steigert die Temperatur langsam auf 275 bis 280°, bis die Säurezahl auf etwa 2 bis 3
- 70 gesunken ist. Man erhält ein helles, sehr hartes, sprödes Wachs mit dem Tropfpunkt 257°. (Das Montansäure-Cyclohexyldiamid ohne einkondensierte Dicarbonsäure hat den Tropfpunkt 182°.) 75

Beispiel 5

- 620 Teile Nachlaufcarbonsäure der Paraffinoxydation (Säurezahl = 180) werden mit 116 Teilen 1, 6-Hexamethyldiamin erhitzt, bis die Temperatur unter Wasserabspaltung auf 170° gestiegen ist. Dann werden in kleinen Portionen 60 Teile Diaminsalz aus Adipinsäure und 1, 4-Diaminocyclohexan
- 80 zugegeben, worauf man die Temperatur allmählich auf 250° steigert, bis die Säurezahl auf 2 bis 3 zurückgegangen ist. Es entsteht ein helles, hartes,
- 85 elastisches Wachs mit dem Tropfpunkt 225°. (Das Nachlaufcarbonsäure-Hexamethyldiamid ohne einkondensiertes Diaminsalz hat einen Tropfpunkt von 135°.)

Beispiel 6

- 1125 Teile Tranfettsäure (Säurezahl = 200) werden mit 400 Teilen Benzidin unter Wasserabspaltung erhitzt, bis die Temperatur auf 170 bis 180° gestiegen ist. Dann gibt man 22 Teile Adipinsäure in kleinen Anteilen zu und erhitzt langsam auf 290°, bis die Säurezahl auf 1 bis 3
- 95 gefallen ist. Es wird ein braunes, sehr hartes Wachs mit dem Tropfpunkt 272° gebildet. (Das Tranfett-säuredibenzidin ohne einkondensierte Dicarbonsäure hat den Tropfpunkt 202°.) 100

PATENTANSPRUCH:

- Weiterbildung des Verfahrens des Hauptpatents 932 965 zur Herstellung wachsartiger
- 105 Fettsäurediamide, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung der cycloaliphatischen Diamine mit den Fettsäuren oder deren funktionellen Derivaten unter Mitverwendung von zur Polyamidbildung befähigten Dicarbonsäuren, ihren
- 110 funktionellen Derivaten, sowie gegebenenfalls von weiteren Diaminen beliebiger Art erfolgt, wobei die einzelnen Komponenten oder deren Zwischenkondensationsprodukte in beliebiger Reihenfolge miteinander eingesetzt werden
- 115 können.